



Metode uji ion klorida dalam air (ASTM D512-04)



© BSN 2013

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	iii
Pendahuluan.....	iv
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Arti dan kegunaan.....	2
5 Kemurnian pereaksi	2
6 Pengambilan contoh uji	2
Metode Uji A – Titrasi dengan Merkuri	2
7 Ruang lingkup.....	2
8 Ringkasan metode uji	3
9 Kendala.....	3
10 Peralatan	3
11 Pereaksi dan bahan.....	3
12 Prosedur	4
13 Perhitungan	5
14 Ketelitian dan penyimpangan	5
Metode Pengujian B – Titrasi dengan Perak Nitrat.....	6
15 Ruang lingkup.....	6
16 Ringkasan metode uji	6
17 Kendala.....	6
18 Pereaksi.....	6
19 Prosedur	7
20 Perhitungan	7
21 Ketelitian dan penyimpangan	8
Metode uji C – Elektrode ion - selektif	8
22 Ruang lingkup.....	8
23 Ringkasan metode pengujian	9
24 Kendala.....	9
25 Peralatan	9
26 Pereaksi.....	9
27 Kalibrasi	10
28 Prosedur	10

29 Ketelitian dan Penyimpangan	11
30 Kontrol Kualitas	12
31 Kata Kunci.....	14
Lampiran A (informatif) Penjelasan untuk metode yang tidak dilanjutkan	15
Lampiran B (informatif) Istilah dan definisi.....	16
Lampiran C (normatif) Formulir pengujian ion klorida dengan metode A (titrasi dengan merkuri).....	18
Lampiran D (informatif) Contoh hasil pengujian dengan metoda uji A (titrasi dengan merkuri)	19
Lampiran E (normatif) Formulir pengujian ion klorida dengan metoda uji B (titrasi dengan perak nitrat)	20
Lampiran F (informatif) Contoh hasil pengujian ion klorida dengan metoda uji B (titrasi dengan perak nitrat)	21
Lampiran G (normatif) Formulir pengujian ion klorida dengan metoda uji C (Elektroda – Ion selektif)	22
Lampiran H (informatif) Contoh hasil pengujian ion klorida dengan metoda uji (Elektroda – Ion selektif)	23



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang *Metode uji ion klorida dalam air*, merupakan revisi dari SNI 03-6439-2000, *Metode pengujian ion klorida dalam air*,. Standar ini merupakan hasil adopsi dari ASTM D512-10, *Standard test methods for chloride ion in wáter*, metoda uji ion klorida secara kolorimetrik tidak lagi dimasukkan sebagai bagian dari isi standar (Lampiran A).

Standar ini dipersiapkan oleh Panitia Teknis 91-01 Bahan Konstruksi Bangunan dan Rekayasa Sipil pada Subpanitia Teknis Rekayasa Jalan dan Jembatan 91-01-S2 melalui Gugus Kerja Jembatan dan Bangunan Pelengkap Jalan.

Tata cara penulisan disusun mengikuti Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012 dan dibahas dalam forum rapat konsensus yang diselenggarakan pada tanggal 6 Maret 2012 di Bandung yang melibatkan para narasumber, pakar dan lembaga terkait.



Pendahuluan

Ion klorida merupakan salah satu unsur di dalam air yang memiliki sifat korosif. Ion-ion klorida yang mengendap pada permukaan suatu logam dapat mengakibatkan hilangnya lapisan pasif logam $\text{Fe}(\text{OH})_2$ sehingga logam menjadi lebih mudah terserang korosi. Apabila terdapat dalam air pencampur beton, ion klorida tersebut akan mempengaruhi karakteristik beton, diantaranya berkurangnya sifat kekuatan beton dan kerapuhan permukaan beton. Pada suatu struktur beton bertulang, masuknya ion klorida ke dalam beton, lambat laun akan menyerang permukaan tulangan sehingga tulangan menjadi terkorosi.

Berdasarkan hal tersebut, perlu disusun suatu metode uji untuk mengukur kadar ion klorida dalam air sehingga apabila air tersebut akan digunakan, maka efek negatif dari adanya ion klorida yang terkandung di dalamnya dapat diminimalisasi. Perbedaan antara SNI 03-6439-2000 dengan standar ini adalah:

SNI 03-6439-2000	SNI 6439:2013
Pendahuluan : Tidak ada	Halaman iv : Pendahuluan
Terdiri dari 9 pasal : pasal terakhir, Ketelitian dan penyimpangan	Penambahan 1 (satu) pasal baru yaitu pasal 30 Kontrol kualitas yang terdiri dari :
	30.2 Kalibrasi
	30.3 Demonstrasi Kemampuan laboratorium
	30.4 Pengawasan contoh uji laboratorium
	30.5 Pengujian dengan Metode Blanko
	30.6 Matrik Spiking
	30.7 Duplikasi
	30.8 Bahan referensi Independen
Daftar Istilah (terbatas)	Lampiran B (Istilah dan Definisi)
Lampiran : Tidak ada	Lampiran A (Metode uji yang tidak dilanjutkan (kolorimetri)
	Lampiran C sampai dengan Lampiran H ; Contoh hasil pengujian
	Lampiran I : Deviasi teknik

Metode uji ion klorida dalam air

1 Ruang lingkup

1.1 Metode uji ini mencakup penentuan ion klorida dalam air, air limbah (hanya Metode Uji C), dan air asin. Standar ini meliputi tiga metode uji sebagai berikut:

- Metode Uji A (Titrasi dengan Merkuri) pasal 7 sampai dengan pasal 14
- Metode Uji B (Titrasi dengan Perak Nitrat) pasal 15 sampai dengan pasal 21
- Metode Uji C (Metode Elektrode Ion-selektif) pasal 22 sampai dengan pasal 29

1.2 Metode uji A, B, dan C telah divalidasi sesuai ASTM D 2777- 77, dan hanya Metode uji B yang juga memenuhi ASTM D 2777 – 86. Untuk penjelasan selanjutnya, mengacu pada pasal 14, pasal 21, dan pasal 29..

1.3 Standar ini tidak mencantumkan semua yang berkaitan dengan keselamatan kerja. Bila terdapat hal – hal yang menyangkut keselamatan dan kesehatan kerja, hal tersebut menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk menentukan keselamatan dan kesehatan serta menentukan aplikasi batasan-batasan regulasi/ketentuan sebelum digunakan. (untuk pengamanan khusus, lihat 26.1.1)

2 Acuan normatif

2.1 Standar ASTM

D 1066, *Practice for Sampling Steam.*

D 1129, *Terminology Relating to Water.*

D 1193, *Specification for Reagent Water.*

D 2777, *Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable Test Methods of Committee D 19 on Water.*

D 3370, *Practices for Sampling Water from Closed Conduits*

D 4127, *Terminology Used with Ion-Selective Electrodes*

D 5810, *Guide for Spiking into Aqueous Samples.*

D 5847, *Practice for Writing Quality Control Specifications for Standard Test Methods for Water Analysis*

E 200, *Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis*

3 Istilah dan definisi

Istilah yang digunakan dalam metode uji ini, mengacu ke ASTM D 1129 dan ASTM D 4127. (lihat lampiran B)

4 Arti dan kegunaan

4.1 Jumlah ion klorida yang larut dalam air harus dibatasi sesuai persyaratan yang berlaku, sehingga harus diukur secara teliti. Ion ini sangat merugikan pada sistem pemanasan uap bertekanan tinggi dan pada baja tahan karat, sehingga diperlukan pengawasan untuk mencegah terjadinya kerusakan. Analisis klorida secara luas digunakan sebagai alat ukur untuk memperkirakan siklus konsentrasi ion klorida, seperti dalam penggunaan instalasi pendingin (*cooling tower*). Pemrosesan air dan larutan pengawet yang digunakan dalam industri pengolahan makanan juga membutuhkan metode-metode analisis ion klorida yang dapat diandalkan.

5 Kemurnian pereaksi

5.1 Pereaksi kimia dengan kemurnian yang tinggi harus digunakan untuk semua pengujian. Kecuali ditentukan lain, pereaksi kimia tersebut harus sesuai spesifikasi dari *American Chemical Society (Committee on Analytical Reagents)*. Apabila pereaksi kimia yang digunakan tidak terdapat dalam daftar dari *American Chemical Society*, maka dapat digunakan daftar dari *Analar Standards for Laboratory Chemical*. Pereaksi – pereaksi kimia dengan spesifikasi yang berbeda dapat digunakan setelah benar-benar yakin bahwa pereaksi tersebut cukup tinggi kemurniannya (pro analisis), sehingga bila digunakan tidak mengurangi ketelitian yang ditentukan.

5.2 Kemurnian air - Kecuali ditentukan lain, semua rujukan untuk air harus dipahami untuk air pereaksi Tipe I sesuai spesifikasi ASTM D 1193. Tipe air pereaksi lain mungkin digunakan asalkan kemurnian air pereaksi tersebut cukup tinggi sehingga tidak merugikan baik dalam ketelitian maupun penyimpangan dari metoda uji. Air tipe II telah ditentukan pada waktu pengujian dari beberapa laboratorium dan operator dari metode uji ini.

6 Pengambilan contoh uji

6.1 Pengambilan contoh uji sesuai dengan ASTM D 1066 atau ASTM D 3370, pilih yang sesuai penggunaannya

Metode Uji A – Titrasi dengan Merkuri

7 Ruang lingkup

7.1 Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan ion klorida dalam air, bila tidak terdapat zat pengganggu (lihat pasal 9).

7.2 Meskipun tidak ditentukan dalam laporan penelitian, pernyataan ketelitian diasumsikan diperoleh dengan menggunakan air pereaksi Tipe II. Analisis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.

7.3 Metode uji ini sudah divalidasi untuk konsentrasi ion klorida 8,0 mg/L sampai 250 mg/L.

8 Ringkasan metode uji

8.1 Larutan merkuri nitrat ditambahkan ke dalam contoh yang telah diasamkan dan dicampur dengan indikator difenilkarbazon bromofenol biru. Titik akhir titrasi berupa pembentukan senyawa kompleks merkuri difenilkarbazon yang berwarna biru-violet.

9 Kendala

9.1 Anion dan kation yang umum ditemukan dalam air tidak memberikan hambatan. Ion seng, timah, nikel, ferro (Fe^{2+}) dan krom mempengaruhi larutan dan warna akhir titrasi, tetapi tidak mengurangi ketelitian titrasi bila ion-ion tersebut berada dalam konsentrasi sampai 100 mg/L. Tembaga diijinkan hingga 50 mg/L. Titrasi dengan keberadaan ion krom memerlukan indikator dengan tambahan warna dasar (*alphazurine*) dan proses reduksi sebelumnya untuk konsentrasi lebih dari 100 mg/L. Ion feri (Fe^{3+}) lebih dari 10 mg/L harus direduksi sebelum dititrasi, dan ion sulfit (SO_3) harus dioksidasi. Bromida dan fluorida akan dititrasi sebagian dengan klorida. Beberapa bagian garam amonium juga mengganggu jika ada dalam jumlah yang berarti (1 mg/L sampai 2 mg/L). Kepekatan warna juga mengganggu.

10 Peralatan

10.1 Mikroburet, 1 mL atau 5 mL, dengan ketelitian 0,01 mL, timbangan analitik dengan ketelitian 0,001 g, peralatan lain seperti botol kimia berwarna coklat, labu Erlenmeyer 250 mL, labu ukur 1000 mL dan 100 mL, corong gelas, kertas saring serta pipet tetes.

11 Pereaksi dan bahan

11.1 Hidrogen peroksida (H_2O_2 30%).

11.2 Larutan hidrokuinon (10 g/L) - Larutkan 1 g hidrokuinon murni dalam air dan encerkan sampai 100 mL).

11.3 Larutan Standar Merkuri Nitrat (0,025 N) – Larutkan 4,2830 g merkuri nitrat ($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dalam 50 mL air yang telah diasamkan dengan 0,5 mL asam nitrat pekat (HNO_3 , berat jenis 1,42). Encerkan larutan asam $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ dengan air sampai 1 L. Saring jika diperlukan, dan standarkan dengan larutan standar natrium klorida (NaCl), gunakan prosedur yang diuraikan dalam Pasal 12 (lihat catatan 1).

CATATAN 1 - Kejelasan Titik Akhir – Titik Akhir yang kurang jelas, dapat ditingkatkan sedikit untuk jenis-jenis air tertentu dengan penambahan beberapa tetes larutan 0,05 g/L, xylene cyanole FF atau bahan celupan alphazurine biru-hijau (indek warna 714) untuk contoh titrasi

11.4 Larutan Indikator Campuran – Larutkan 0,5 g kristal dipenilkarbazon dan 0,05 g serbuk biru bromopenol dalam 75 mL etil alkohol (95%), dan encerkan sampai 100 mL dengan alkohol (Catatan 2). Simpan dalam botol berwarna coklat dan jangan digunakan setelah berumur 6 bulan (Catatan 3).

CATATAN 2 - jika etil alkohol murni tidak tersedia, dapat digunakan metanol, isopropanol, atau etanol yang didenaturasi dengan metanol atau isopropanol (Formula 3A). Etanol yang didenaturasi dengan bahan yang lain tidak sesuai.

CATATAN 3 - Cairan indikator umumnya rusak setelah penyimpanan 12 sampai 18 bulan dan tidak menghasilkan warna titik akhir. Temperatur tinggi di atas 37,8 °C dan sinar yang terang dapat memperpendek umur penyimpanan. Campuran dua bahan indikator berbentuk serbuk kering stabil untuk jangka yang lebih lama. Campuran serbuk (bentuk kapsul) dan indikator cair tersedia di pasaran.

11.5 Asam Nitrat Pekat (3 + 997) – Campurkan 3 volume asam nitrat pekat (HNO_3 , berat jenis 1,42) dengan 997 volume air.

11.6 Kertas Indikator pH, tipe rentang panjang, meliputi rentang pH dari 1 sampai 11.

11.7 Larutan Standar Natrium Klorida (0,025 N) – Keringkan beberapa gram natrium klorida (NaCl) selama 1 jam pada temperatur 600 °C. Larutkan 1,4613 g garam kering dalam air, dan encerkan sampai volume 1 L pada temperatur 25 °C dalam sebuah labu ukur.

11.8 Larutan Natrium Hidroksida (10 g/L) – Larutkan 10 g natrium hidroksida (NaOH) dalam air dan encerkan sampai volume 1 L.

12 Prosedur

12.1 Gunakan contoh uji dengan volume tertentu sehingga kandungan ion klorida tidak lebih dari 20 mg, jika perlu encerkan contoh uji dengan air sampai kira-kira 50 mL. Tentukan blanko sebagai indikator pembanding yang dibuat dari 50 mL air bebas klorida, kemudian lakukan prosedur yang sama untuk contoh uji.

12.2 Tambahkan 5 sampai 10 tetes larutan indikator campuran, dan kocok atau putar labu. Apabila terbentuk warna biru-violet atau merah, tambahkan HNO_3 (3 + 997) tetes demi tetes sampai warna berubah menjadi kuning. Tambahkan lagi 1 mL HNO_3 (asam berlebih). Jika warna kuning atau oranye terbentuk pada penambahan indikator campuran, tambahkan larutan NaOH (10 g/L) tetes demi tetes sampai warna berubah menjadi biru-violet; kemudian tambahkan HNO_3 (3 + 997) tetes demi tetes sampai warna berubah menjadi kuning dan selanjutnya tambahkan 1 mL asam berlebih (Catatan 4).

CATATAN 4 - proses pengasaman larutan di atas akan menghasilkan larutan dengan pH 3,0 sampai 3,5. pH meter elektronik yang digunakan untuk mengukur keasaman tidak dapat digunakan untuk penentuan klorida, karena kalomel yang terdapat dalam elektrode dapat menyebabkan kesalahan akibat kontaminasi klorida. Untuk penyesuaian pH yang tepat dari contoh uji dengan konsentrasi klorida yang rendah, pengukuran secara instrument dapat dilakukan pada satu contoh uji larutan untuk menentukan perlakuan lain yang diperlukan untuk uji klorida.

12.3 Titrasi larutan dan blanko dengan larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0,025 N sampai berwarna biru-violet, sebagaimana dilihat dengan sinar transmisi, menembus seluruh larutan (Catatan 5). Catat jumlah milliliter larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang ditambahkan pada masing-masing contoh uji

CATATAN 5 - Penggunaan indikator yang dimodifikasi dan adanya ion logam berat dapat merubah warna larutan tanpa mempengaruhi ketelitian. Sebagai contoh, larutan yang mengandung alphasurine dapat menjadi biru terang dalam keadaan netral, ungu keabu-abuan dalam keadaan basa, biru-hijau dalam keadaan asam, dan biru-violet pada akhir titrasi klorida. Larutan yang mengandung sekitar 100 mg/L ion nikel dan campuran indikator normal adalah ungu dalam keadaan netral, hijau dalam keadaan asam, dan abu-abu pada akhir titrasi klorida. Ketika digunakan metode pengujian ini untuk contoh uji yang mengandung ion berwarna atau yang membutuhkan indikator yang dimodifikasi, dianjurkan bahwa operator menjadi terbiasa dengan perubahan warna tertentu dalam percobaan dengan larutan yang dipersiapkan sebagai standar pembanding untuk pengaruh warna.

12.4 Apabila terdapat ion kromat dengan konsentrasi kurang dari 100 mg/L tanpa mengandung besi, gunakan campuran indikator alphasurine yang dimodifikasi (catatan 1), lalu asamkan contoh uji seperti diuraikan dalam butir 12.2 sampai pH 3 seperti ditunjukkan oleh kertas pH. Titrasi larutan seperti diuraikan dalam butir 12.3, sampai warna keunguan.

12.5 Apabila terdapat ion kromat dengan konsentrasi lebih besar dari 100 mg/L tanpa kandungan besi, tambahkan 2 mL larutan hidrokuinon segar. Lakukan proses sesuai butir 12.2 dan 12.3.

12.6 Apabila terdapat ion feri (Fe^{3+}) tanpa atau dengan ion kromat, gunakan contoh uji yang mengandung tidak lebih dari 2,5 mg ion feri (Fe^{3+}) atau ion feri + ion kromat. Tambahkan 2 mL larutan hidrokuinon segar. Lakukan proses sesuai butir 12.2 dan 12.3.

12.7 Apabila larutan mengandung ion sulfit, tambahkan 0,5 mL H_2O_2 dalam 50 mL contoh uji ke dalam labu Erlenmeyer, aduk selama 1 menit. Lakukan proses sesuai butir 12.2 dan 12.3.

13 Perhitungan

13.1 Hitung konsentrasi ion klorida, dalam miligram per liter, dalam contoh uji asli sebagai berikut :

$$\text{Klorida (mg/L)} = [(V_1 - V_2) \times N \times 35\,453]/S$$

keterangan:

V_1 adalah larutan standar $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang digunakan untuk titrasi contoh uji, mL

V_2 adalah larutan standar $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ yang digunakan untuk titrasi blanko, mL

N adalah normalitas larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

S adalah contoh uji yang digunakan dalam butir 12.1, mL

14 Ketelitian dan penyimpangan

14.1 Ketelitian – Ketelitian metode uji ini dapat ditentukan sebagai berikut :

$$S_T = 0,023X + 0,43$$

$$S_O = 0,002X + 0,46$$

keterangan:

S_T adalah Ketelitian secara keseluruhan, mg/L

S_O adalah Ketelitian operator-tunggal, mg/L

X adalah Konsentrasi ion klorida yang ditentukan

14.2 Penyimpangan – Jumlah klorida yang ditemukan dari jumlah yang diketahui adalah sebagai berikut :

Tabel 1 - Persentase penyimpangan dan tingkat keyakinan hasil pengujian dari lima laboratorium dengan tujuh operator

Jumlah yang ditambahkan mg/L	Jumlah yang ditemukan mg/L	$\pm\%$ penyimpangan	signifikan secara statistik { tingkat keyakinan 95% }
250	248	-0,80	Tidak
80	79,3	-0,88	Tidak
8	7,51	-6,13	Ya

14.3 Penjelasan : butir 14.1 dan 14.2 didapat dari hasil pengujian lima laboratorium dengan tujuh operator. Walaupun tidak secara jelas disyaratkan dalam laporan, susunan matrik dianggap sebagai air pereaksi Tipe II. Dari tujuh set data yang disusun sebagaimana

dijelaskan dalam Tata Cara ASTM D2777, tidak satupun ditolak, atau dianggap tidak berlaku. Tiga tingkatan contoh uji dikerjakan dalam waktu tidak kurang dari tiga hari. Metode "Kuadrat Terkecil" digunakan untuk menentukan persyaratan ketelitian, yang mempunyai korelasi 0,7394 untuk S_O dan 0,9993 untuk S_T .

14.4 Analisis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.

14.5 Ketelitian dan penyimpangan metode pengujian ini sesuai dengan ASTM D2777 – 77, yang berlaku pada waktu pengujian bersamaan. Dengan toleransi yang diperbolehkan dalam 1.5 dari ASTM D 2777 – 86, ketelitian dan penyimpangan data memenuhi persyaratan dari studi antar laboratorium.

Metode Pengujian B – Titrasi dengan Perak Nitrat

15 Ruang lingkup

15.1 Metode pengujian ini terutama dimaksudkan untuk air yang mengandung kadar klorida 5 mg/L atau lebih, dan terdapat kendala seperti warna atau konsentrasi yang tinggi dari ion-ion yang dinyatakan sebagai logam berat, yang tidak dapat dilaksanakan dengan Metode Pengujian A.

15.2 Meskipun tidak ditentukan dalam laporan penelitian, pernyataan ketelitian diasumsikan diperoleh dengan menggunakan air pereaksi Tipe II. Analisis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.

15.3 Metode uji ini sudah divalidasi untuk konsentrasi ion klorida 8,0 mg/L sampai 250 mg/L.

16 Ringkasan metode uji

16.1 Air diatur sampai mendekati pH 8,3 dititrasi dengan larutan perak nitrat dengan indikator kalium kromat. Titik akhir titrasi ditunjukkan oleh warna merah bata dari perak kromat.

17 Kendala

17.1 Bromida, iodida, dan sulfida dititrasi lebih lama dengan klorida. Ortofosfat dan polifosfat mengganggu jika konsentrasi masing-masing melebihi 250 dan 25 mg/L. Sulfit dan warna yang tidak diinginkan atau bahan pengotor harus dihilangkan. Senyawa-senyawa yang mengendap pada pH 8,3 (khususnya hidroksida) dapat menyebabkan kesalahan akibat oklusi (penempelan pada permukaan zat).

18 Pereaksi

18.1 Hidrogen Peroksida (30% H_2O_2).

18.2 Larutan Indikator Phenolphthalein (10 g/L) – Buat sesuai ASTM E 200.

18.3 Larutan Indikator Kalium Kromat – Larutkan 50 g kalium kromat (K_2CrO_4) dalam 100 mL air, dan tambahkan perak nitrat ($AgNO_3$) sampai dihasilkan endapan agak merah. Diamkan larutan, lindungi dari cahaya, selama minimal 24 jam setelah penambahan $AgNO_3$. Kemudian saring larutan untuk menghilangkan endapan, dan encerkan dengan air sampai volume 1 L.

18.4 Larutan Standar, Perak Nitrat (0,025 N) – Haluskan kira-kira 5 g kristal perak nitrat ($AgNO_3$) dan keringkan sampai mencapai berat konstan pada temperatur 40 °C. Larutkan 4,2473 g dari pecahan kristal kering dalam air dan encerkan sampai volume 1 L. Standarkan terhadap larutan standar NaCl, menggunakan prosedur yang diuraikan dalam pasal 19.

18.5 Larutan Standar, Natrium Klorida (0,025 N) – Buat sesuai pasal 11.7.

18.6 Larutan Natrium Hidroksida (10 g/L) – Buat sesuai pasal 11.8.

18.7 Asam Sulfat pekat (1 + 19) – Tambahkan dengan hati-hati 1 volume asam sulfat pekat (H_2SO_4 , berat jenis 1,84) ke dalam 19 volume air, sambil diaduk.

19 Prosedur

19.1 Tuangkan 50 mL, atau kurang contoh uji yang mengandung tidak lebih dari 20 tetapi tidak kurang dari 0,25 mg ion klorida, ke dalam suatu cawan porselen putih (lihat catatan 6). Jika mengandung ion-ion sulfit, tambahkan 0,5 mL hidrogen peroksida (H_2O_2) ke dalam contoh uji, aduk, dan diamkan selama 1 menit. Jika diperlukan, encerkan dengan air sampai kira-kira 50 mL. Atur pH pada titik akhir titrasi dengan phenolphthalein (pH 8,3), menggunakan H_2SO_4 , (1+19) atau NaOH (10 g/L).

CATATAN 6 - Cawan porselen putih kapasitas 80 mL, batang pengaduk 2,54 cm, dan pengaduk magnetik dapat digunakan untuk tujuan ini

19.2 Tambahkan kira-kira 1,0 mL larutan indikator kalium kromat (K_2CrO_4) dan aduk. Tambahkan larutan standar $AgNO_3$ tetes demi tetes dari sebuah buret kapasitas 25 mL sampai warna merah bata (atau merah muda) merata dalam contoh uji bila disinari dengan lampu kuning atau dilihat dengan kaca mata kuning.

19.3 Ulangi prosedur yang diuraikan dalam butir 19.1 dan 19.2, dengan menggunakan secara tepat setengah contoh uji semula, encerkan dengan air sampai 50 mL.

19.4 Jika volume titran yang digunakan dalam butir 19.3 adalah setengah dari yang digunakan dalam proses titrasi larutan dalam butir 19.1, lanjutkan ke bagian perhitungan. Jika tidak, maka terdapat ion pengganggu yang berarti dan harus dibuat kompensasi; sebagai alternatif, gunakan metode lain.

20 Perhitungan

20.1 Hitung konsentrasi ion klorida dalam contoh uji semula, dalam miligram per liter sebagai berikut :

$$\text{Klorida (mg/L)} = [(V_1 - V_2) \times N \times 70\,906] / S$$

keterangan :

- V_1 adalah volume larutan standar AgNO_3 yang ditambahkan dalam proses titrasi contoh uji, disiapkan dalam pasal 19.1, mL
 V_2 adalah Volume larutan standar AgNO_3 yang ditambahkan dalam proses titrasi contoh uji, disiapkan dalam pasal 19.3, mL
 N adalah Normalitas larutan AgNO_3
 S adalah contoh uji semula dalam 50 mL bahan uji yang disiapkan dalam pasal 19.1, mL.

21 Ketelitian dan penyimpangan

21.1 Ketelitian – Ketelitian metode pengujian ini dapat ditentukan sebagai berikut :

- S_r adalah $0,013X + 0,70$
 S_o adalah $0,007X + 0,53$

Keterangan :

- S_r adalah Ketelitian seluruhnya, mg/L
 S_o adalah Ketelitian operator-tunggal, mg/L, dan
 X adalah Konsentrasi ion klorida yang ditentukan

21.2 Penyimpangan – Jumlah klorida yang ditemukan dari jumlah yang diketahui adalah sebagai berikut :

Tabel 2 - Persentase penyimpangan dan tingkat keyakinan hasil pengujian dari enam laboratorium dengan sepuluh operator

Jumlah yang ditambahkan mg/L	Jumlah yang ditemukan mg/L	$\pm\%$ penyimpangan	Kesimpulan secara statistik {95% tingkat kebenaran}
250	248	-0,80	Ya
80	79,1	-1,13	Ya
8	7,77	-2,88	Ya

21.3 Informasi dalam 21.2 didapat dari hasil pengujian round-robin, yang melibatkan enam laboratorium dengan 10 operator. Walaupun tidak secara jelas disebutkan dalam laporan, dianggap pengujian ini menggunakan air pereaksi pereaksi Tipe II. Dari 10 set data yang disusun sebagaimana dijelaskan dalam ASTM D 2777, tidak satupun ditolak, tetapi ada satu data yang *outlier*. Tiga tingkatan contoh uji dikerjakan dalam waktu tidak kurang dari tiga hari. Metode “Kuadrat Terkecil” digunakan untuk membentuk persamaan pada 21.1, yang mempunyai korelasi 0,9959 untuk S_o dan 0,9940 untuk S_r

21.4 Analisis bertanggung jawab untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak di uji.

Metode uji C – Elektrode ion - selektif**22 Ruang lingkup**

22.1 Metode uji ini digunakan untuk mengukur ion klorida dalam air alam, air minum, dan air limbah.

22.2 Contoh-contoh uji yang mengandung 2 mg/L sampai 1000 mg/L ion klorida dapat dianalisis dengan metode uji ini. Rentang konsentrasi dapat diperluas dengan mengencerkan suatu larutan yang tepat sebelum penambahan penyesuai kekuatan ion.

22.3 Ketelitian dan penyimpangan didapat dengan menggunakan air pereaksi dan matrik air yang dipilih termasuk air alam dan air limbah. Menjadi tanggung jawab analisis untuk menentukan kebenaran metode pengujian untuk matrik yang di analisis.

23 Ringkasan metode pengujian

23.1 Ion klorida diukur dengan cara potensiometri menggunakan elektrode ion-selektif klorida yang dihubungkan dengan sebuah penghubung ganda, tipe lengan elektrode pembanding. Potensial dibaca menggunakan pengukur pH yang dilengkapi skala milivolt, atau pengukur ion selektif yang memiliki skala konsentrasi secara langsung untuk klorida.

23.2 Elektrode-elektrode dikalibrasi dengan larutan klorida yang diketahui dan konsentrasi dari larutan yang tidak diketahui ditentukan dengan cara yang sama. Contoh uji dan standar harus berada dalam temperatur yang sama.

23.3 Larutan standar dan contoh uji diencerkan dengan penyesuai kekuatan ion yang juga mengurangi kemungkinan gangguan seperti amonia, bromida, iodida, sianida, atau sulfida.

24 Kendala

Tidak terdapat kendala bila sulfida sampai 500 mg/L, bromida sampai 1000 mg/L, atau iodida, sianida lebih dari seratus kali terhadap klorida, atau amonia sampai 1000 mg/L.

25 Peralatan

25.1 Pengukur pH, yang dilengkapi skala milivolt. Metode pengujian ini dapat disesuaikan dengan menggunakan pengukur ion-selektif.

25.2 Elektrode Ion-selektif Klorida, yang memiliki membran kurang peka terhadap perak klorida (AgCl). Tidak semua elektrode ion-selektif klorida sesuai untuk metode pengujian ini, karena penyesuaian kekuatan ion tidak sesuai dengan beberapa membran. Dalam hal tertentu membran perak klorida / perak sulfida tidak sesuai, karena sulfida dapat teroksidasi oleh penyesuaian kekuatan ion.

25.3 Elektrode Pembanding Penghubung Ganda Tipe - Lengan, menggunakan larutan yang disiapkan sesuai butir 26.4 sebagai larutan pengisi sebelah luar.

CATATAN 7 - Tipe lain dari elektrode pembanding penghubung ganda mungkin sesuai, tetapi data pendukung pada metode pengujian ini hanya mencerminkan tipe yang dianjurkan.

25.4 Pengaduk magnetik, dengan sebuah batang pengaduk yang terlapis TFE – fluorokarbon

26 Pereaksi

26.1 Penyesuai Kekuatan Ion Klorida (PKIK) – Larutkan 15,1 gram natrium bromat dalam 800 mL air. Tambahkan 75 mL asam nitrat pekat (HNO_3 , berat jenis 1,42) (lihat catatan 8) aduk secara sempurna. Encerkan dengan air sampai volume 1 L. Simpan PKIK dalam sebuah wadah polyetilen atau wadah gelas.

CATATAN 8 - Untuk pengukuran klorida pada tingkat rendah (kurang dari 5 mg/L) asam nitrat yang digunakan tidak boleh mengandung lebih dari 0,005% klorida dan natrium bromat tidak boleh mengandung lebih dari 0,003% klorida. Pengujian kemurnian pereaksi terdapat dalam metode pengujian ini.

26.1.1 Peringatan – Natrium bromat adalah oksidan kuat dan harus ditangani dengan baik, juga perhatikan bahwa cara pembuatan dan pengenceran PKIK harus dilakukan dalam sebuah ruangan yang mempunyai ventilasi baik dan sebaiknya berbentuk cerobong.

26.2 Persediaan Larutan Klorida (1000 mg/L). Larutkan 1,648 gram natrium klorida yang telah dikeringkan selama 1 jam pada temperatur 600 °C di dalam air, dalam sebuah labu ukur dan encerkan sampai volume 1 L.

26.3 Larutan Standar Klorida (100 mg/L, 10 mg/L, dan 1,0 mg/L) – Gunakan pipet volume, pindahkan 100 mL, 10 mL, 1,0 mL persediaan larutan klorida ke dalam masing-masing labu ukur kapasitas 1000 mL dan encerkan masing-masing dengan air sampai volume 1 L.

26.4 Larutan Pengisi Luar untuk Elektrode Pembanding Penghubung Ganda. Larutkan 1 volume PKIK (26.1) dengan 1 volume air.

27 Kalibrasi

27.1 Campurkan dengan volume yang sama dari 1000 mg/L larutan standar klorida dan pereaksi PKIK. Lakukan hal yang sama untuk tiga standar lain.

27.2 Campurkan dengan volume yang sama air dan pereaksi PKIK.

27.3 Tempatkan elektrode dalam larutan 27.2, aduk dengan baik, tunggu 3 sampai 5 menit dan catat pembacaan dalam milivolt. Larutan ini tidak mengandung klorida tambahan dan pembacaan potensialnya akan tidak stabil.

27.4 Bilas elektrode dengan baik hingga bersih. Tempatkan elektrode tersebut dalam 1 mg Cl⁻/L- PKIK dan aduk dengan baik. Tunggu 1 sampai 2 menit dan catat hasilnya.

27.4.1 Jika perbedaan pembacaan antara 27.3 dan 27.4 kurang dari 15 mV, berarti terdapat kontaminasi klorida pada pereaksi yang akan menyebabkan tingkat pembacaan rendah, dan harus diperoleh pereaksi yang lebih murni.

27.5 Bilas elektrode, tempatkan dalam campuran 10 mg Cl⁻/L-PKIK dan aduk dengan baik. Tunggu sampai 1 menit dan catat hasilnya.

27.6 Ulangi 27.5 dengan campuran ion klorida 100 dan 1000 mg per liter PKIK.

27.7 Buatlah sebuah kurva kalibrasi diatas kertas grafik semi logaritma, gambarkan potensial yang diamati (pada skala linier) terhadap konsentrasi dari masing-masing standar yang digunakan (pada skala logaritma). Perhatikan bahwa koreksi volume termasuk dalam kalibrasi, sehingga contoh uji yang dianalisis sesuai dengan butir 28 dapat langsung dibaca.

28 Prosedur

28.1 Campur contoh uji dengan volume yang sama dari pereaksi PKIK, dan aduk merata selama 1 sampai 2 menit.

28.2 Masukkan elektrode, tunggu 1 sampai 2 menit dan catat hasilnya.

28.3 Baca konsentrasi klorida dari contoh uji dalam milligram per liter langsung dari kurva kalibrasi.

29 Ketelitian dan Penyimpangan

29.1 Ketelitian – Ketelitian secara keseluruhan dengan operator tunggal pada metode pengujian, dalam rentang yang ditetapkan, bervariasi dengan jumlah yang diuji, seperti yang ditunjukkan dalam gambar 1 untuk air pereaksi dan dalam gambar 2 untuk matrik air pilihan. Matrik tersebut meliputi air alam dan air limbah.

29.2 Penyimpangan – Sejumlah klorida yang ditemukan dari jumlah yang diketahui dari air pereaksi dan matrik air pilihan ditunjukkan dalam tabel 1.

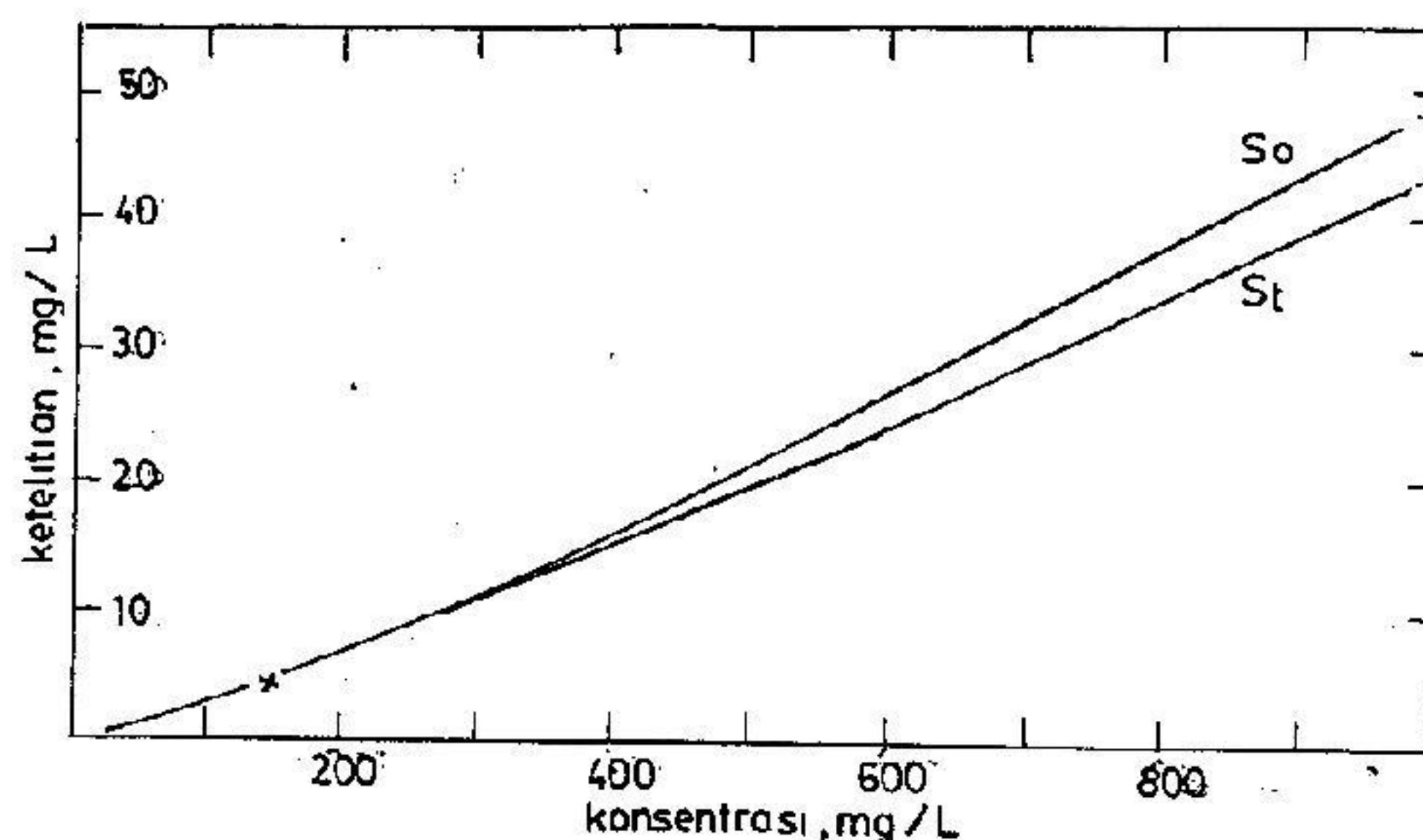
Tabel 3 - Penentuan penyimpangan (elektrode ion-selektif)

	Jumlah yang ditambahkan mg/L	Jumlah yang ditemukan mg/L	±% penyimpangan	Kesimpulan secara statistik {95% tingkat kebenaran}
Air Pereaksi	1,1	1,03	-6,4	Tidak
	10	9,94	-0,6	Tidak
	150	148,8	-0,8	Tidak
	1000	992	-0,8	Tidak
Matrik Air	1,1	1,04	-5,5	Tidak
	10	10,24	+2,4	Tidak
	150	146,0	-2,7	Tidak
	1000	991	-0,9	Tidak

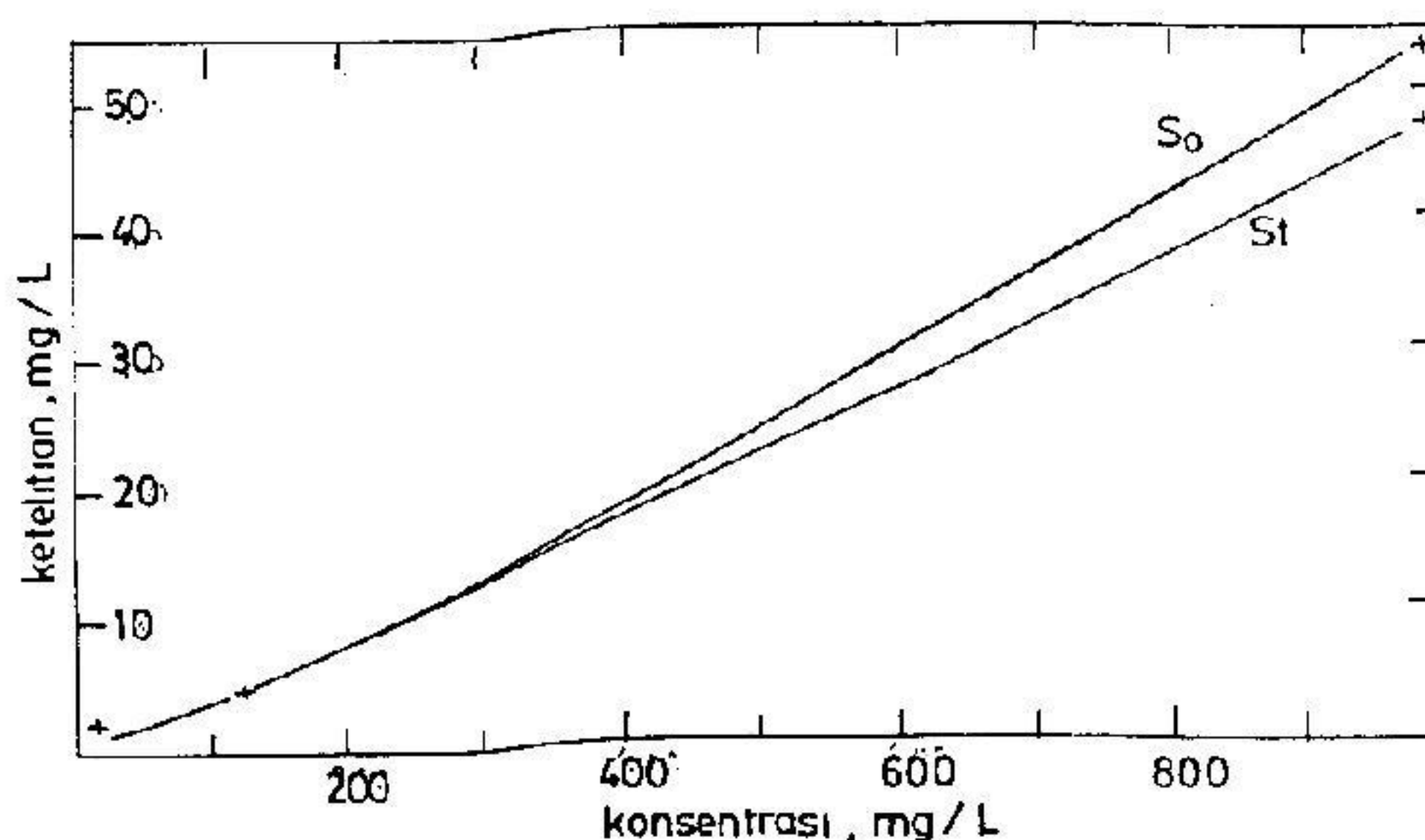
29.3 Keterangan yang terdapat dalam tabel 1 diperoleh dari pengujian yang dilakukan dalam 5 laboratorium yang melibatkan tujuh operator. Dari tujuh data yang terdapat dalam Tata Cara ASTM D 2777, tidak ada yang ditolak dalam hal air pereaksi dan satu ditolak dalam hal air matrik pilihan. Delapan data "outlier" dianggap tidak berlaku. Empat tingkatan contoh uji dilakukan dalam waktu tiga hari, dan blangko diperoleh untuk air yang digunakan.

29.4 Menjadi tanggung jawab analis untuk menjamin kebenaran metode pengujian ini untuk matrik lain yang tidak diuji.

29.5 Ketelitian dan Penyimpangan metode pengujian ini sesuai dengan ASTM D 2777-77 yang berlaku pada waktu pengujian bersamaan. Dengan toleransi yang diperbolehkan dalam 1.5 dari ASTM D 2777-86, ketelitian dan penyimpangan data memenuhi persyaratan dari studi antar laboratorium.



Gambar 1 - Ketelitian antar laboratoirum untuk klorida yang ditemukan dalam Air Pereaksi (Elektrode Ion-selektif)



Gambar 2 - Ketelitian antar laboratoirum untuk klorida yang ditemukan dalam matrik Air pilihan (Elektrode Ion-selektif)

30 Kontrol Kualitas

30.1 Untuk memastikan nilai-nilai analisis yang diperoleh dengan menggunakan metode pengujian ini adalah benar dan akurat dalam batas tingkat kepercayaan yang terbaik, maka prosedur pengendalian kualitas berikut harus diikuti ketika menganalisis ion klorida.

30.2 Kalibrasi dan Pemeriksaan Kalibrasi

30.2.1 Analisis setidaknya tiga standar kerja yang mengandung konsentrasi ion klorida, yang menggolongkan konsentrasi ion klorida contoh uji yang diharapkan, sebelum menganalisa contoh uji untuk mengkalibrasi titrasi atau instrumen.

30.2.2 Periksa titrasi atau kalibrasi instrumen setelah menstandarisasi dengan menganalisis standar pada konsentrasi ion klorida dari salah satu standar kalibrasi. Pembacaan harus dalam rentang 4% dari pembacaan kalibrasi. Secara bergantian, konsentrasi ion klorida harus dalam rentang 15% dari konsentrasi ion klorida yang telah diketahui.

30.2.3 Jika kalibrasi tidak bisa di periksa, kalibrasi ulang titrasi dan instrument.

30.3 Indikasi awal dari kemampuan laboratorium.

30.3.1 Jika laboratorium tidak melakukan pengujian terlebih dahulu, atau terjadi perubahan dalam sistem pengukuran, sebagai contoh, analisis baru, instrumen baru, dan sebagainya, kajian ketelitian dan penyimpangan harus dilakukan untuk menunjukkan kemampuan laboratorium.

30.3.2 Analisa tujuh pengulangan dari larutan standar yang telah disiapkan dari bahan referensi manapun yang mengandung suatu konsentrasi ion klorida. Matrik dan kimia dari suatu larutan harus setara dengan larutan yang digunakan dalam kajian kolaboratif. Masing-masing pengulangan harus diambil melalui metode pengujian analisis yang lengkap termasuk beberapa pemeliharaan contoh uji dan langkah pra-perawatan. Pengulangan mungkin harus di selingi dengan contoh uji.

30.3.3 Hitung rata-rata dan deviasi standar dari 7 nilai-nilai dan bandingkan pada rentang yang sesuai dari penyimpangan pada 14.2, 21.2, dan 29.2. Penelitian ini harus diulang sampai pemulihan berada dalam batas yang telah diberikan pada 14.2, 21.2, dan 29.2. Jika konsentrasi ion klorida lain dari konsentrasi ion klorida yang disarankan adalah yang digunakan, lihat ASTM D 5847 untuk penjelasan tentang menerapkan pengujian F dan pengujian T dalam mengevaluasi penerimaan rata-rata dan deviasi standar.

30.4 Contoh Uji Pengendalian Laboratorium (CUPL)

30.4.1 Untuk memastikan bahwa metode uji ini berada dalam pengawasan, analisa CUPL yang mengandung rentang konsentrasi ion klorida dengan masing-masing wadah uji/sejumlah contoh atau sepuluh contoh uji. Jika sejumlah besar contoh uji dianalisis di sejumlah contoh uji, analisa CUPL setelah setiap 10 contoh uji. CUPL harus diambil melalui semua tahapan dari metode analisis termasuk pengawetan contoh uji dan pra perawatan contoh uji. Hasil yang diperoleh untuk CUPL harus memenuhi dalam rentang 15% dari konsentrasi ion klorida yang telah diketahui.

30.4.2 Jika hasilnya tidak dalam batasan tersebut, maka analisa contoh uji dihentikan sampai masalah tersebut diperbaiki, dan semua contoh uji harus di analisa kembali, atau hasil harus memenuhi syarat dengan indikasi bahwa hasil tersebut tidak termasuk dalam kinerja kriteria metode uji.

30.5 Metode Blanko

30.5.1 Analisa pengujian blanko air pereaksi dengan masing-masing sejumlah contoh uji. Konsentrasi ion klorida ditemukan dalam blanko harus kurang dari 0,5 kali dari standar kalibrasi terendah. Jika konsentrasi ion klorida yang ditemukan di atas tingkat ini, analisa contoh uji di hentikan sampai pencemaran tersebut dihilangkan, dan menunjukkan blanko tidak ada pencemaran pada suatu atau di atas tingkat ini, atau hasil harus memenuhi syarat dengan indikasi bahwa hasil tersebut tidak termasuk dalam kriteria kinerja metode uji.

30.6 Matrik Spike (MS)

30.6.1 Untuk memeriksa gangguan tertentu dalam matrik yang sedang di uji, lakukan sebuah MS paling tidak satu contoh uji dari masing-masing sejumlah contoh uji dengan *spiking* suatu alikuot contoh uji dengan konsentrasi ion klorida yang telah diketahui dan mengambilnya melalui metode analitik.

30.6.2 Konsentrasi *spike* ditambah konsentrasi ion klorida dasar tidak boleh melebihi standar kalibrasi yang tinggi. *Spike* harus menghasilkan sebuah konsentrasi dalam contoh uji dalam contoh uji *spiked* yang 2 hingga 5 kali konsentrasi analit dalam *unspiked* contoh uji, atau 10 hingga 50 kali batas deteksi dari metode uji yang mana lebih besar.

30.6.3 Hitung persentasi pembaruan dari *spike* menggunakan rumus berikut :

$$P = 100 [A(V_s + V) - B.V_s] / CV$$

keterangan :

A	adalah konsentrasi analit dalam contoh uji spiked, mg/L
B	adalah konsentrasi analit dalam contoh uji unspiked, mg/L
C	adalah konsentrasi analit dalam larutan spike, mg/L
V_s	adalah volume contoh uji yang digunakan, mL
V	adalah volume yang ditambah dengan spike, mL

30.6.4 Persentasi pembaruan dari *spike* harus berada dalam batasan, berdasarkan konsentrasi analit, tercantum dalam Panduan D 5810, tabel 1. Jika persentasi pembaruan tidak berada dalam batasan tersebut, maka suatu gangguan matrik mungkin ada dalam contoh uji yang dipilih untuk spiking. Dalam kondisi seperti ini, salah satu solusi berikut ini harus digunakan: gangguan matrik harus dihilangkan, semua contoh uji dari sejumlah contoh uji harus di analisis dengan metode uji tidak dipengaruhi oleh gangguan matrik, atau hasil harus memenuhi syarat dengan indikasi bahwa hasil tersebut tidak termasuk kriteria kinerja metode uji.

CATATAN 9 - Pembaruan *spike* yang dapat diterima tergantung dari konsentrasi komponen penting. Lihat Tata Cara D 5810 untuk tambahan penjelasan

30.7 Duplikasi

30.7.1 Untuk memeriksa ketelitian dari analisis contoh uji, analisislah contoh uji secara duplo dari masing-masing jumlah contoh uji. Jika konsentrasi ion klorida kurang dari lima kali batas penemuan untuk metode ini, salinan spike matrik (*Matrix Spike Duplicate/MSD*) harus digunakan.

30.7.2 Hitung deviasi standar nilai-nilai yang didapat dan bandingkan ketelitiannya dalam kajian kolaboratif menggunakan metoda uji F. Mengacu pada pasal 6.4.4 dari D 5847 untuk penjelasan tentang penerapan uji F.

30.7.3 Jika hasilnya melebihi batas ketelitian, sejumlah contoh uji di analisis ulang atau hasil tersebut harus memenuhi syarat dengan indikasi bahwa hasil tersebut tidak termasuk kriteria kinerja metode uji.

30.8 Bahan Referensi Independent (*Independent References Material / IRM*)

30.8.1 Dalam rangka memeriksa nilai kuantitatif yang dihasilkan oleh metode uji, menganalisa IRM diajukan sebagai contoh uji biasa (bila praktis) ke laboratorium paling tidak sekali per tiga bulan. Konsentrasi IRM harus dalam rentang konsentrasi untuk metode yang terpilih. Hasil yang diperoleh harus dalam batas kontrol yang ditetapkan oleh laboratorium.

31 Kata Kunci

31.1 Analisis; klorida; elektrode; titrimetrik; air

**Lampiran A
(informatif)
Penjelasan untuk metode yang tidak dilanjutkan**

A.1 Metode uji C terdahulu (kolorimetrik)

A.1.1 Metode uji ini telah dihentikan sejak tahun 1988. Metode uji secara keseluruhan dapat dilihat dalam *Annual ASTM Standard*, volume 11.01, tahun 1988.

A.1.2 Metode uji ini digunakan untuk pengujian air yang mengandung ion klorida dengan konsentrasi 0,10 mg/L sampai dengan 10 mg/L.

A.1.3 Larutan – larutan feri ammonium sulfat dan merkuri tiosianat ditambahkan ke dalam contoh uji. Ion klorida akan bereaksi dengan merkuri tiosianat menghasilkan ion tiosianat yang kemudian berikatan dengan ion feri membentuk senyawa feri tiosianat yang berwarna merah. Intensitas warna, yang sebanding dengan konsentrasi ion-ion klorida kemudian diukur secara fotometrik pada panjang gelombang 463 nm atau dengan membandingkannya terhadap larutan – larutan warna standar secara visual.

A.1.4 Metoda uji ini telah dihentikan karena kurangnya laboratorium yang tertarik untuk berpartisipasi dalam studi kolaboratif untuk mencapai tingkat ketelitian dan penyimpangan seperti yang disyaratkan dalam D2777.



**Lampiran B
(informatif)
Istilah dan definisi**

B.1**air pereaksi tipe I**

air yang diproses dengan cara penyulingan atau proses lain yang sejenis, diikuti dengan penyaringan menggunakan suatu campuran bahan-bahan penukar ion dan saringan membran yang berukuran 0,2 mikron. Air yang dihasilkan dari proses tersebut harus mempunyai konduktifitas maksimum sebesar 20 mikrodetik/cm pada suhu 25°C. Air pereaksi tipe I mempunyai nilai resistivitas (tahanan jenis) minimum 18,0 megaohm-cm pada suhu 25°C.

B.2**air pereaksi tipe II**

air yang diproses dengan cara penyulingan yang di desain secara khusus agar diperoleh air hasil penyulingan yang mempunyai konduktifitas lebih kecil dari 1,0 mikrodetik/cm pada suhu 25°C. Air tipe II mempunyai nilai resistivitas (tahanan jenis) minimum 1,0 megaohm-cm pada suhu 25°C.

B.3**alikuot**

suatu bagian dari total seluruh larutan

B.4**anion**

partikel ion yang bermuatan negatif

B.5**blanko**

larutan yang tidak berisi analit (unsur-unsur yang diperiksa), digunakan untuk tujuan kalibrasi sebagai larutan pembanding

B.6**ion Ferro**

ion besi dengan muatan 2^+ (bervalensi 2)

B.7**ion ferri**

ion besi dengan muatan 3^+ (bervalensi 3)

B.8**kation**

partikel ion yang bermuatan positif

B.9**larutan standar**

larutan yang diketahui konsentrasinya dengan tepat, digunakan untuk menetapkan konsentrasi larutan lain.

B.10**matrik spike**

suatu metode kalibrasi pengukuran (kontrol kualitas) dengan cara menambahkan unsur yang diperiksa dengan sejumlah konsentrasi yang diketahui dan kemudian diperiksa kembali dengan menggunakan cara atau metode yang sama.

B.11**oksidasi**

peristiwa bereaksinya suatu unsur dengan oksigen

B.12**pereaksi kimia**

bahan yang menyebabkan atau dipakai dalam suatu reaksi kimia.

B.13**pereaksi (*reagent*)**

zat kimia dengan kemurnian yang cukup untuk sebuah analisis atau percobaan. Sebagai contoh, suatu air pereaksi tidak boleh mengandung banyak unsur-unsur pengganggu seperti ion natrium, klorida, atau bakteri, dan tahanan listrik yang tinggi.

B.14***round robin test***

suatu pengujian antar laboratorium (pengukuran, analisis atau percobaan) yang dilakukan berulang kali secara independen. Pengujian dapat dilakukan dengan menggunakan metode yang sama dengan peralatan yang berbeda atau menggunakan berbagai metoda dan berbagai peralatan atau merupakan kombinasi dari keduanya. Tujuannya adalah untuk menentukan keberulangan hasil dari metode pengujian atau proses dan atau untuk memverifikasi metoda pengujian atau analisis.

B.15**titrasi**

salah satu teknik analisis kimia kuantitatif yang dipergunakan untuk menentukan konsentrasi suatu larutan tertentu, yang penentuannya menggunakan suatu larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya secara tepat.

B.16**titik ekuivalen**

keadaan ketika titran (larutan pentitrasi) bereaksi secara ekuivalen dengan analit (larutan uji), artinya semua titran habis bereaksi dengan analit.

B.17**titik akhir titrasi**

keadaan ketika titrasi dihentikan dengan adanya perubahan warna indikator. Titrasi yang bagus memiliki titik ekuivalen yang berdekatan dengan titik akhir titrasi dan kalau bisa sama.

**Lampiran C
(normatif)**

Formulir pengujian ion klorida dengan metode A (titrasi dengan merkuri)

Kop instansi

Jenis contoh uji :

Jumlah contoh uji :

Tanggal pengujian :

No.	Deskripsi	Simbol	Jumlah		Rata-rata
1.	Volume $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ untuk titrasi contoh uji, mL	V_1			
2.	Volume $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ untuk titrasi blanko, mL	V_2			
3.	Normalitas $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	N			
4.	Volume contoh uji, mL	S			
5.	Konsentrasi ion klorida : Klorida (mg/L) = $[(V_1 - V_2) \times N \times 35453]/S$	mg/L			

Mengetahui,
Penyelia Laboratorium

Teknisi Laboratorium,

()

()

**Lampiran D
(informatif)**
Contoh hasil pengujian dengan metoda uji A (titrasi dengan merkuri)

Identitas instansi penguji

**PENGUJIAN KANDUNGAN ION KLORIDA DALAM AIR
(ASTM D 512 – METODA A : TITRASI DENGAN MERKURI)**

Jenis contoh uji : Air sungai ex. kali langon
Jumlah contoh uji : 1 liter
Tanggal pengujian : 14 September 2011

No.	Deskripsi	Simbol	Jumlah		Rata-rata
1.	Volume $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ untuk titrasi contoh uji, mL	V_1	15,0	14,9	
2.	Volume $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ untuk titrasi blanko, mL	V_2	8,0	8,0	
3.	Normalitas $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	N	0,025	0,025	
4.	Volume contoh uji, mL	S	50,0	50,0	
5.	Konsentrasi ion klorida : Klorida (mg/L) = $[(V_1 - V_2) \times N \times 35\,453]/S$	mg/L	124,0855	122,3129	123,1992

Mengetahui,
Penyelia Laboratorium



(Rully R.T.)

Teknisi Laboratorium,



(Hadi S.E.)

Lampiran E
(normatif)
Formulir pengujian ion klorida dengan metoda uji B
(titrasi dengan perak nitrat)

Kop instansi

Jenis contoh uji :

Jumlah contoh uji :

Tanggal pengujian :

No.	Deskripsi	Simbol	Jumlah		Rata-rata
1.	Volume AgNO ₃ untuk titrasi contoh uji (19.1), mL	V ₁			
2.	Volume AgNO ₃ untuk titrasi contoh uji (19.2), mL	V ₂			
3.	Normalitas AgNO ₃	N			
4.	Volume contoh uji awal, mL	S			
5.	Konsentrasi ion klorida : Klorida (mg/L) = [(V₁ – V₂) x N x 70 906]/S	mg/L			

Ket :

19.1 : Lihat prosedur pengujian butir 19.1

19.2 : Lihat prosedur pengujian butir 19.2

Mengetahui,
 Penyelia Laboratorium

Teknisi Laboratorium,

() () ()

Lampiran F
(informatif)
Contoh hasil pengujian ion klorida dengan metoda uji B
(titrasi dengan perak nitrat)

Identitas instansi penguji

PENGUJIAN KANDUNGAN ION KLORIDA DALAM AIR
(ASTM D 512 – METODA B : TITRASI DENGAN PERAK NITRAT)

Jenis contoh uji : Air sungai ex. kali serayu
 Jumlah contoh uji : 1 liter
 Tanggal pengujian : 14 september 2011

No.	Deskripsi	Simbol	Jumlah		Rata-rata
1.	Volume AgNO ₃ untuk titrasi contoh uji (19.1), mL	V ₁	8.3	8.2	
2.	Volume AgNO ₃ untuk titrasi contoh uji (19.2), mL	V ₂	5.2	5.1	
3.	Normalitas AgNO ₃	N	0.025	0.025	
4.	Volume contoh uji awal, mL	S	50	50	
5.	Konsentrasi ion klorida : Klorida (mg/L) = $[(V_1 - V_2) \times N \times 70\,906]/S$	mg/L	109.9043	109.9043	109.9043

Ket :

19.1 : Lihat prosedur pengujian butir 19.1

19.2 : Lihat prosedur pengujian butir 19.2

Mengetahui,
 Penyelia Laboratorium



(Puluy . R . I)

Teknisi Laboratorium,



(HADI S-S)

Lampiran G
(normatif)
Formulir pengujian ion klorida dengan metoda uji C
(Elektroda – Ion selektif)

Kop Instansi

Jenis contoh uji :

Jumlah contoh uji :

Tanggal pengujian :

I. Potensial Larutan PKIK

Kurva Kalibrasi ($\text{Cl}^-/\text{L PKIK}$)				
Konsentrasi (mg/L)	10	100	200	1000
Potensial (mV)				

II. Kurva hubungan Konsentrasi (mg/L) vs Potensial (mV) larutan PKIK

III. Konsentrasi Ion Klorida dalam larutan uji

Hasil pengukuran ion klorida dalam contoh uji				
Nomor Contoh	1	2	3	4
Potensial contoh uji (mV)				
Konsentrasi contoh uji berdasarkan kurva kalibrasi (mg/L)				

Mengetahui,
 Penyelia Laboratorium

Teknisi Laboratorium,

()

()

**Lampiran H
(Informatif)
Contoh hasil pengujian ion klorida dengan metoda uji C
(Elektroda – Ion selektif)**

Identitas instansi penguji

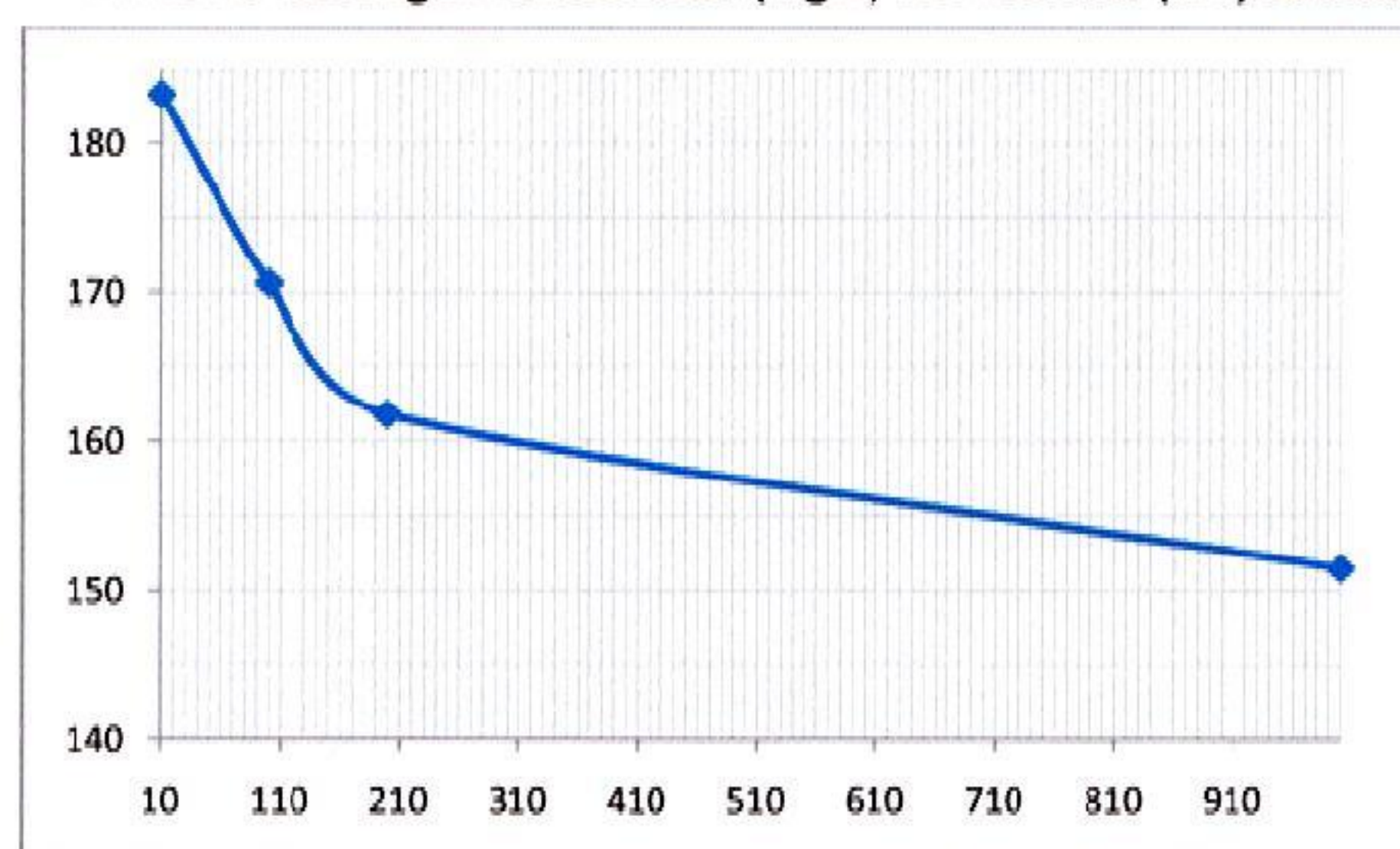
**PENGUJIAN KANDUNGAN ION KLORIDA DALAM AIR
(METODA C : Elektrode – Ion Selektif)**

Jenis contoh uji : Air sungai ex sedayu lawas
Jumlah contoh uji : 1 liter
Tanggal pengujian : 14 september 2011

I. Potensial Larutan PKIK

Kurva Kalibrasi (Cl ⁻ /L PKIK)				
Konsentrasi (mg/L)	10	100	200	1000
Potensial (mV)	183,3	170,6	161,8	151,5

II. Kurva hubungan Konsentrasi (mg/L) vs Potensial (mV) larutan PKIK



III. Konsentrasi Ion Klorida dalam larutan uji

Hasil pengukuran ion klorida dalam contoh uji				
Nomor Contoh	1	2	3	4
Potensial contoh uji (mV)	160	165	160	
Konsentrasi contoh uji berdasarkan kurva kalibrasi (mg/L)	302	114	302	

Mengetahui,
Penyelia Laboratorium

(RULLY I.R)

Teknisi Laboratorium,

(HADI)